

Patent Abstracts of Japan

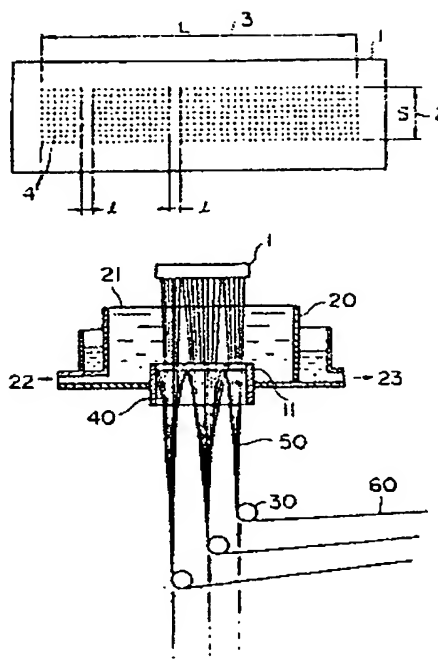
PUBLICATION NUMBER : 02112409  
 PUBLICATION DATE : 25-04-90  
 APPLICATION DATE : 17-10-88  
 APPLICATION NUMBER : 63259436

APPLICANT : ASAHI CHEM IND CO LTD;

INVENTOR : SATO EIJI;

INT.CL. : D01F 6/60 D01D 4/02 D01D 5/06

TITLE : PRODUCTION OF  
 POLY-P-PHENYLENE  
 TEREPHTHALAMIDE FIBER



ABSTRACT : PURPOSE: To spin plural filament bundles from one spinneret with excellent productivity and stably obtain the subject homogeneous fiber by passing filament groups discharged from a spinneret through a coagulation bath and then small holes having plural openings.

CONSTITUTION: An optical anisotropic solution of poly-p-phenylene terephthalamide is initially discharged from a spinneret 1 in which hole groups consisting of the total holes 4 are perforated so as to form a rectangular area and areas deficient in the holes at an interval (l) in the perpendicular direction of 1.5-3 times based on the average distance between the adjacent holes in the direction of long sides are provided. The discharged filament groups are then passed through a noncoagulating fluid layer and led to a coagulation bath 21. The resultant filament groups are subsequently passed through small holes or capillaries 11, installed under the coagulation bath 21 and having  $\geq 2$  rectangular openings and taken out with the coagulating solution to separate the filament groups and coagulating solution. Thereby, filament bundles 50 divided into  $\geq 2$  parts are obtained.

COPYRIGHT: (C)1990,JPO&Japio

⑩ 日本国特許庁(JP) ⑪ 特許出願公開  
⑫ 公開特許公報(A) 平2-112409

⑬ Int. Cl.<sup>8</sup> 6/60 議別記号 371 D 6791-4L  
D 01 F 4/02 105 A 8521-4L  
D 01 D 5/08 8521-4L  
⑭ 公開 平成2年(1990)4月25日  
審査請求 未請求 請求項の数 1 (全9頁)

⑮ 発明の名称 ポリ-バラフエニレンテレフタルアミド系繊維の製造法

⑯ 特 願 昭63-259436  
⑰ 出 願 昭63(1988)10月17日

⑱ 発 明 者 山 口 淳 宮崎県延岡市旭町5丁目4100番地 旭化成工業株式会社内  
⑲ 発 明 者 佐 藤 栄 二 宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成工業株式会社内  
⑳ 出 願 人 旭化成工業株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号  
㉑ 代 理 人 弁理士 渡辺 一雄

明 細 書

1. 発明の名称

ポリ-バラフエニレンテレフタルアミド系繊維  
の製造法

2. 特許請求の範囲

ポリ-バラフエニレンテレフタルアミド(以下、PPTAと略称)ポリマーの光学的異方性繊維を、紡糸口金の会吐出孔からなる孔群が矩形域を形成するように配置されて穿孔され、かつ長辺方向の隣接する孔間の平均距離の1.5～3倍で長辺方向に対し実質的に直角方向に孔を欠陥させた域を少なくとも一つもつ紡糸口金よりフィラメント群を吐出し、非凝固性の液体浴を通して凝固浴に導き、該凝固浴の下部に設置されている矩形の開口を有する細孔又は細管を貫通させ、凝固液と共に糸条を引き出すPPTA系マルチフィラメント繊維の湿式紡糸方法において、二つ以上の開口部を有する細孔又は細管でフィラメント群及び凝固液を分離し、二つ以上に分けられたフィラメント束を引き取ることを特徴

とするPPTA系繊維の製造法

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、ポリ-バラフエニレンテレフタルアミド(以下、PPTAと略称)系繊維の製造法に関するものである。更に詳しくは、特に産業用材としてゴム補強材、プラスチックの強化繊維素材などに有用な、機械的性質に優れ、品質の安定した各種織物つまり単糸構成数の異なるPPTA系マルチフィラメント繊維を経済的にしかも工業的に有利な紡糸速度(以下、紡速と略称)で安定的に製造する方法に関するものである。

〔従来の技術〕

芳香族ジアミン及び芳香族ジカルボン酸、及び/又は芳香族アミノカルボン酸から全芳香族ポリアミドが誘導されることは公知であり、またこれら芳香族ポリアミドから繊維が得られることも既に公知である。また更には、かかる芳香族ポリアミドのうち特にPPTA系ポリマーからは、その剛直な分子構造から期待される通り、高い融点、優れた

結晶性、高い強度、高いヤング率等の好ましい物性を有する繊維が得られることも既に知られている。

例えば、特開昭47-39458号によれば、少くとも93%以上の濃度の濃硫酸に溶解したPPTA系ポリマーの光学的異方性を示す溶液（以下単にドーブと略称する）を、オリフィスを通して押出し、不溶性な非凝固性流体中を通して凝固浴中に導いて紡糸することによつて、好ましい機械的性質を有する繊維が得られることが開示されている。

更に経済的理由から、工業的に有意義な紡速において機械的性質に優れたPPTA繊維を得る方法が特開昭59-157316号に開示されている。上述した方法は、いずれも一つの紡糸口金から一本のフィラメント束を得る方法であり、フィラメント数を減える為には、紡糸口金を交換する必要があるが、生産能力の低下が避けられなかった。

特開昭59-157316号について更に述べると、この場合には、紡糸口金の全吐出孔からなる孔群が一定の矩形域を形成する様に配置されて穿孔され

た紡糸口金、及び近形状の開口を有する細孔で紡糸する方法であるが、いずれも一つの紡糸口金から、二つ以上のフィラメント束を得るものではない。更に上記紡糸口金の孔配置を代えて、ニードギャップ及び凝固浴中を二つ以上のフィラメント群に分けることが開示されているが、そのまま夫々をフィラメント束として引き出して、フィラメント束内の単糸強度のレベルに大きな差があり且つフィラメント束間の単糸強度のバラツキが異なり均質のフィラメント束は得られなかった。

かかる方法に対して、一つの紡糸口金から、二つ以上の、別れた、間隔を置かれた群に分けられているフィラメント群を凝固浴に押出し、該フィラメント束を該凝固浴より分かれた状態で取り出し、合糸して一つのフィラメント束を得る方法が、特開昭61-97417号に開示されている。しかしながらかかる方法においては、フィラメント群の分散化で凝固浴表面は安定化し、紡糸口金の下流と紡糸浴面の間の空間（以下ニードギャップと略称する）が、フィラメント群の最も外側のフィラメン

トと最も内側のフィラメント群で差がなく、且つ紡糸浴の長さも差がないために、各フィラメント束は同レベルの強度が得られる反面、一つのフィラメント束内では、中心部の単糸と外周部の単糸とでは凝固浴の速度差や凝固浴抵抗の差により速度異同過程が異なり、単糸の強度レベルに大きな差があり均質のフィラメント束は得られなかった。特に単糸構成数の異なるフィラメント束間では、単糸強度のバラツキが大きく、該フィラメント束を合糸するとヤーンの強度が低下するという大きな問題があつた。かかる問題に対して、本発明者等は特開昭62-68081号で生産能力を低下することなく、一つの紡糸口金により二つ以上のフィラメント束を紡糸し、単糸強度のレベル差が小さく、かつ一定の単糸強度のバラツキを維持した均質なPPTA系繊維の製造方法を開示した。

しかしながら、かかる方法においては、落下する凝固液とフィラメント束とを分離する際に、落下液の乱れなどの原因でフィラメント束間で単糸の引き取られが発生し、長時間安定して紡糸する

ことができず、工業的には未だ問題があつた。

（発明が解決しようとする課題）

本発明の目的は、生産能力を低下することなく、一つの紡糸口金により二つ以上のフィラメント束を紡糸し、単糸強度のレベル差が小さく、かつ一定の単糸強度のバラツキを維持した均質なPPTA繊維を安定的に製造する方法を提供することにある。（課題を解決するための手段）

本発明は、PPTA系ポリマーの光学的異方性溶液を、紡糸口金の全吐出孔からなる孔群が矩形域を形成するように配置されて穿孔され、かつ長辺方向の隣接する孔間の平均距離の1.5～3倍で長辺方向に対し実質的に直角方向に孔を欠落させた場合を少なくとも一つもつ紡糸口金よりフィラメント群を吐出し、非凝固性の流体層を通して凝固浴に導き、該凝固浴の下部に設置されている短形状の開口を有する細孔又は細管を貫通させ、凝固液と共に糸束を引き出すPPTA系マルチフィラメント繊維の湿式紡糸方法において、二つ以上の開口部を有する細孔又は細管でフィラメント群及び凝固液

を分離し、二つ以上に分けられたフィラメント束を引き取ることを特徴とするPPTA系繊維の製造法である。

本発明に用いるポリーパラフエニレンテレフタルアミド系ポリマーとは、本質的にPPTAから成っている。ここで、「本質的に」なる意味は、本発明の構成要件および作用効果を阻害しない範囲の少量で、PPTA以外のポリマー（例えば、ポリー（*p*-フエニレンテレフタルアミド）、ポリー（*p*-フエニレンイソフタルアミド）、ポリー（*m*-フエニレンイソフタルアミド）、ポリー（ポリメチレンテレフタルアミド）、脂肪族ポリアミド、脂環族ポリアミド、ポリエステル、ポリイミド、ポリウレタン、ポリ尿素等）がブレンドされたり、PPTAに他のくり返し単位（例えば、換置された

フエニレン単位、換置されたまたは未置換のピフエニレン単位、*o*-フエニレン単位、*m*-フエニレン単位、（ポリ）メチレン単位、ピリジレン単位やエステル、ウレタン、尿素、エーテル、チオエーテルなどの結合単位等）が共重合された

り、種々の添加剤、配合剤（例えば、染料、抗酸化剤、紫外線吸収剤、光沢剤、顔料等）が添加されていてもよいことをいう。

本発明法のPPTA系繊維の製造法においては、少なくとも強度が10g/d以上、伸度が3%以上、かつ初期モジュラスが250g/d以上を示す如き高性能繊維が対象とされるものであり、そのためには、使用されるPPTA系ポリマーの重合度は、一定の大きさ以上のものが必要であり、少なくとも固有粘度（ $\eta_{inh}$ ）で表わして3.5以上、好ましくは4.5以上のものが用いられる。

かかるPPTA系ポリマーから、本発明法に用いられる紡糸用ドーブが、既に公知の方法によつて調整されるが、その際溶剤としては、工業的には濃硫酸が用いられ、濃硫酸の濃度は、95重量%以上、特に高い固有粘度を有するPPTA系ポリマーを高濃度に溶解する場合には97.5重量%、さらに好ましくは99重量%以上のものが用いられる。

紡糸用ドーブのポリマー濃度は、一般に高いほうが高性能繊維が得られ易いことから適度である

ことが好ましく、少なくとも13重量%以上、特に15重量%以上が好ましく選ばれる。なお、高すぎる濃度、例えば22重量%以上では、ドーブの粘度が高くなりすぎる為、ドーブ温度を高く設定する必要があり、紡糸操作上困難を伴いやすい。従つて、この範囲内において選ばれるのがよい。ドーブの調整および使用に当つては上記ポリマー濃度範囲においては、ドーブは室温付近では固化する場合があるため、室温から80℃程度の温度で取扱えばよいが、ポリマーの分解を可及的に回避する観点から、なるべく低い温度を選ぶことが好ましい。

このようにして調整された紡糸用ドーブは、上述のポリマー濃度、ドーブ温度範囲で先学的異方性を有することが認められる。かかるドーブが本発明において使用される。該ドーブは紡糸口金を通して吐出されるが、その際、紡糸口金は、全吐出孔からなる孔群が、短辺の長さ（ $S$ ）が20mm以下であり、かつ短辺の長さ（ $S$ ）と長辺の長さ（ $L$ ）との比 $L/S$ が少なくとも4以上である矩形

を形成するように配置されて穿孔された紡糸口金であることが肝要である。

即ち、糸束走行域に流れ込む凝固液流を一点に集中させないようにする為には、走行域の断面形状を矩形とし、該矩形の辺に対して直角方向から凝固液が供給されるようにすることが必要だからである。従つて本発明においては矩形域内に配置穿孔された紡糸口金を用いられ、その際の $S$ 及び $L/S$ は重要な因子である。

孔群が矩形域に配置され、穿孔された紡糸口金を用いること及び前述される矩形状の開口を有する細孔を用いることによつて、凝固槽中の糸束は、矩形の断面を有する走行域を形成して走行する。これに伴う随伴流によつて減少する走行域内の凝固液は、凝固浴表面の比較的低い位置で、矩形の各辺に対して直角方向からの流入によつて補給される。

$L/S$ が小さい場合には、短辺及び長辺に対してそれぞれ直角方向から流れ込む凝固液流が、糸束走行域内に集中して衝突するため糸束走行域内

の凝固浴表面は大きく乱れ、大小多数の渦巻きが発生させることにより好ましくない。糸束走行域の凝固浴表面の乱れを抑え、渦巻きの発生を防止するためには、相対する長辺のそれぞれ直角方向から平行流として凝固液が流れ込むようにし、短辺と直角方向からの流れ込みを抑えることが肝要であり、そのためには矩形に配置穿孔される短辺の長さ $S$ は20mm以下とし、かつ $l/S$ は少なくとも4以上とすることが必要である。

$S$ が20mm以上の場合にあっては、 $l/S$ を4以上とすることによつても短辺と直角方向からの凝固液の流れ込みが大きく、特に短辺部に相当する糸束走行域の凝固浴表面部が乱れ、部分的に渦巻きが発生させるため好ましくない。

短辺の長さ、及び特に $l/S$ は、具体的には紡糸されるフィラメント数即ち紡糸口金における孔数及びその配置、設定される紡速等によつて決定されるべきものであるが、孔数が100以上、紡速が300m/分以上である紡糸を行う場合にあっては $l/S$ は4~30、特に5~20の範囲で

選ばれることがよい。

上述の矩形内での孔の配置は、矩形域内に、隣接する孔間の距離は、通常0.5~5mmの範囲、好ましくは0.6~2mmの範囲である。

所望する単糸構成数のフィラメント束を得るためには、第1図に示す通り、長辺方向の隣接する孔間の平均距離の1.5~3倍で長辺方向に対し実質的に直角方向に孔を欠落させた域を少なくとも一つもつ孔配置をとる紡糸口金を使用することが肝要である。該欠落域が隣接する孔間の平均距離の3倍を超えると実質的に均一なフィラメント群を凝固浴中へ押出すことが困難となり、フィラメント群は二つ以上に別れてエアージャップ及び凝固浴中に押出されるため、フィラメント束内での単糸強度レベル差が大きく均質なフィラメント束は得られない。

また、上記欠落された域をもたない紡糸口金では、実質的に均一なフィラメント群を凝固浴へ押出すことは可能だが、所望する単糸構成数のフィラメント束に精度よく分離することが困難となる。

本発明においては、凝固浴中及び細孔又は細管(11)において各フィラメントは集束することなく走行した後、該細管でフィラメントを所望の単糸構成数毎に分離させると同時に凝固液も分離させることが肝要である。

分離された凝固液(40)は、夫々が独立して落下した後、各フィラメント群と分離される。また、細孔部又は細管部で分離されたフィラメントは、糸束変向ロール(39)で引き取り方向を変向されフィラメント束(60)となつて引き取られる。該変向されたフィラメント束(60)は、所望によりさらに合糸しても本発明の効果は損なわれない。なお、糸束変向ロールは、紡糸口金の下端面から細管までの2倍以上、好ましくは4倍以上の距離で細管の下方に設置される。

フィラメントを集束させる具体的方法は、先ずエアージャップの長さを4.0~5.0mmとすることでフィラメント群が、紡糸口金の孔配列に対応して凝固浴中、及び凝固浴下部に設けられた細孔より凝固液と共に下方に落下走行する、いわゆる自

由落下域で集束、分離する。例えば、第1図の孔配列では、左側、中央及び右側の3つにフィラメントが集束する。該状態において、分離したフィラメント束を変向ロールにより夫々変向させた後、エアージャップの長さを所定の長さにもとすという方法である。

本発明においては、上述の紡糸口金を用いるとともに、凝固浴の下部に設けられる細孔において、矩形形状の開口部を二つ以上有することが肝要である。例えば、第2図の細孔では、左側の開口(12)、中央の開口(13)及び右側の開口(14)の三つの開口を有する細孔である。開口の数は、所望するフィラメント束の数に応じて決定されるものであるが、これに限定されるものではない。フィラメント束毎に開口を設けることが好ましく、凝固液を該フィラメント束毎に分離させる結果、フィラメント束間での単糸の出入りがなくなる。また、本発明においては、上記開口部の形状を矩形状とする必要がある。即ち、紡糸口金から糸束が矩形の走行域を形成するように吐出されても、凝固浴

の下部において集束されることによつて、糸束の隣接流が一点に集中し、細孔部近傍で旋回流を形成して本発明の目的を充分に達し得る結果を与えないからである。細孔部での隣接流の集中を抑えるためには、凝固浴中で形成された矩形断面を有する糸束進行流を保持したまま細孔内に導くことが好ましく、そのためには本発明においては矩形開口部の細孔を用いることが不可欠である。その際細孔の開口の長辺の長さの和は、紡糸内で形成された矩形の長辺方向に直角的な隣接流を集中させないことのために、少くともその1/2以上とすることが必要である。その1/2以下の場合には、糸束を構成するフィラメント数、紡速等により紡糸不安定性は多少異なるが、隣接流が集束する影響が無視出来ず、凝固浴表面部の乱れを助長するので好ましくない。1/2以上であれば、凝固浴表面部の乱れ、渦巻きの発生のない紡糸が保証される。一方しに対して過剰に長すぎる場合に於ては、凝固浴表面部の乱れ、渦巻きの発生の際では特に支障はきたさないが、凝固浴の大型化、細孔を貫通して落下す

る凝固液量の増大等の不都合に結びつくため、通常はしに対して2倍以下の範囲で選択決定される。又細孔の開口の短辺の長さは、長辺の長さが上述の範囲であれば凝固浴表面部の乱れ、渦巻きの発生に対する影響は小さく、むしろ細孔を貫通して落下する凝固液量に対応して設定されるものである。即ち細孔を貫通して落下する凝固液量は、糸束に含まれる硫酸を除去するに充分な量が必要となるが、細孔の断面積が大きく落下液量が過剰に多い場合には、糸束が加速すべき質量が増大し、紡糸張力が増大し、液滴物性、特に強度の低下を引き起こすので好ましくない。このような観点から紡糸に於て、細孔を貫通して落下させるタイプの凝固液量は通常、細孔を貫通する糸束のポリマー質量に対して50～500倍となる範囲で任意に設定されればよい。この凝固液量及び上述の細孔の開口の長辺の長さとか、短辺の長さは任意に設定されるものであつて、通常は2mm以下、多くの場合0.5～5mmの範囲に設定される。

細孔の深さ即ち厚み方向の長さは、本発明上作

に制限を受けるものではないが、過剰に長すぎる場合には凝固液と細孔の壁との間での摩擦抵抗が増大し、紡糸張力の増大につながる為好ましくなく通常は50mm以下、1～10mm程度とするのがよい。

本発明において、上述の矩形開口の細孔は、紡糸に際して、紡糸口金の孔群が形成する矩形の長辺の方向と該細孔の長辺の方向とが一致するように設けられることが必要である。方向が不一致即ち、ある角度を持って設けられた場合には、ドーブ流及び糸束は、紡糸口金と細孔との間で集束、ねじれ等を生じる結果、凝固浴表面部の乱れ、渦巻きの発生の原因となるからである。

具体的に本発明法によつてPPTA系繊維を紡糸するには、紡糸用ドーブを上述の紡糸口金を通して、一旦非凝固性の流体層、通常空気中に吐出し、ついで凝固浴中に導く。その際、吐出されたドーブは、凝固浴中の凝固しつつある、または凝固した糸束はほとんど引き伸ばしが行なわれない為、非凝固性の流体層において、引き取りのドラフト

(引き伸ばし)がかかり、引き伸ばされる。この引き伸ばしは、引き伸ばし率が低いと十分に繊維の物性を高めることが出来ず、また高すぎると、この間でドーブ流が切断されるため、通常は、4～15倍、好ましくは5～12倍の間に設定される。

ドーブの引き伸ばしが行なわれる非凝固性の流体層(通常空気層)の長さ、即ちドーブの吐出される紡糸口金の側から凝固液表面までの距離は、通常約1～50mmで行なわれ、好適には3～20mmの範囲であるが、これに限定されるものではなく、具体的には、紡糸口金からのドーブの吐出速度、上記のドラフト率、フィラメントの融点割合を少なくすること等々により決定される。またドーブの吐出に際して用いられる紡糸用口金の孔径は、製造しようとする繊維の太さ、及び上記のドラフト率の設定により選定されるものであつて、通常は0.05～0.10mmの範囲のものが選択される。

本発明の実施に於て、凝固液は、通常水又は濃度70%までの硫酸水溶液が用いられるが、例

えば、塩化アンモニウム、塩化カルシウム、炭酸カルシウム、塩化ナトリウム、硫酸ナトリウム等々の加き塩、又はそれらの混合物の水溶液、アンモニア水溶液、水酸化ナトリウム水溶液、又は、メタノール、エタノール、エチレングリコールの如き有機溶媒又はこれらの水溶液等であつてもよく、特に限定されるものではない。

特に水以外の例えば硫酸水溶液等、凝固液の粘度あるいは比重が大きい場合において本発明の効果はより発揮される。

凝固液の温度は、一般には15℃以下、好ましくは10℃以下に保持されることがよい。

本発明法においては上述の如く凝固浴に導かれたドープは、凝固浴中で糸条を形成しながら、凝固浴下部に設置された細孔に導かれこれを貫通して糸条として引き取られる。その際、凝固浴下部に設けられる前述の細孔は、凝固浴液表面から200mm以内の深さに設定されるのが好ましい。即ち、紡糸口合から吐出されたドープは、非凝固性の流体層を過して凝固浴に導かれ、それと同時

に紡糸張力を受けながら凝固が開始される。凝固浴中では糸条は設定された紡糸速度で走行し、同時に凝固液を随伴加速するものの、凝固液の随伴速度は糸条の速度に対して遅いため、抵抗を生じ、凝固形成されつつある糸条の高次構造を破壊する恐れがあるからである。従つて凝固浴での糸条の高次構造の破壊を抑えるためには、早期に細孔を通し、加速された凝固液により凝固を進めることが好ましい。これらの観点による本発明者の検討によれば、凝固浴下部に設置される細孔は、凝固液の種類、粘度等により詳細は異なるが、少なくとも200mm以内の深さに設置されることが好ましく、通常、凝固浴液表面から10～150mm、特に好ましくは10～100mmの範囲に設置される。

このようにして本発明法によつて凝固形成された糸条は、例えばホルソロール等の引き取り手段によつて300m/分以上の極めて高い速度で引き取られ、付着する凝固液あるいは残存する溶剤塩酸の中和、洗浄、乾燥等々の仕上工程に供さ

れる。その際、形成された糸条繊維中に含有される酸の中和、洗浄、または中和によつて生じた塩の洗浄は、最終的に得られるPPTA系繊維の品質上特に徹底して行われることが望ましく、これらの処理に長時間を必要とする。このような徹底した中和又は洗浄を長時間に渡り実施する方法として、多数のロールを組み合わせて滞留時間を長くとする方法であつても差支えないが、特に、特公昭55-9088号による、ネットコンベヤー上にPPTA系繊維を堆積して水洗、中和、乾燥する方法が、工業的にも且つ高品質の繊維を得る上からも好ましく用いられる。更には、本発明法の実施に當つて例えば特公昭54-36698号にて提案されたネットコンベヤー上での乾燥後さらに熱処理を行うこと等の処理を行なうことも許される。

本発明法は、すべてのPPTA系繊維の製造に対して有効であるが、PPTA系繊維自体、高い結晶性の故に、繊維がファイブリル化しやすかつたり、割れやすいこともあつて、単繊維の太さは、太すぎないことが望ましく、通常は大概10デニール以下、

好ましくは5デニール以下に設定される。

一方繊維の線密度は特に制限されるものではなく、100～4500デニールの範囲で行なわれてよい。

#### 〔実施例〕

以下に実施例によつて本発明を更に詳細に説明するが、これらの実施例は何ら本発明を限定するものではない。

実施例中、特にことわりのない限り%は重量パーセントを表わすものである。

#### <固有粘度の測定法>

固有粘度( $\eta_{inh}$ )は、92.5重量%の過硫酸に濃度(C)=0.2g/デシリターまたは繊維を溶かした溶液を30℃にて稀法により測定する。

$$\eta_{inh} = \frac{20 \cdot \eta_{rel}}{C}$$

#### <繊維の強伸度特性の測定法>

繊維糸条の強度、伸度およびヤング率の測定はJIS規格に準じ、測定に先立って10cm当り8回の握りを加えた糸条について、定速伸張試験

度試験機により、押延長20cm、引張り速度50%／分にて、荷重—伸長率曲線で描き、それより読み取り、または算出したもので、測定数20個の平均値で表わす。

＜単糸強度のバラツキの測定法＞

単糸強度の測定は、定速伸長型強度試験機により、押延長2cm、引張り速度50%／分にて、荷重—伸長率曲線を描き、それより読み取り、または算出したもので、測定単糸数100～500個の標準偏差値を算出す。

なお、単糸デニールの測定は、ヤーンのデニールを測定し、該ヤーンのフィラメント数で除した値を用いた。

参考例

低濃溶液重合法により次の如くPPTAポリマーを得た。

特公昭53-43986号公報に示された重合装置中でN-メチルピロリドン1000部を無水塩化カルシウム70部を溶解し、次いでパラフエニレンジアミン49.6部を溶解した。8℃に冷却した後、テレフ

テラジクロライド31.4部を粉末状で一度加えた。数分後に重合反応物はチーズ状に固化したので、特公昭53-43986号公報記載の方法にしたがって重合装置より重合反応物を排出し、直ちに2袖の密閉ニーダーに移し、同ニーダー中で重合反応物を粉砕した。次に重合反応物をヘンシェルミキサー中に移し、ほぼ等量の水を加えてさらに粉砕した後、濾過し、該濾過液中で洗浄して、110℃の熱風中で乾燥した。固有粘度が7.2の浅黄色のPPTAポリマー35部を得た。

なお、算出した固有粘度のポリマーは、N-メチルピロリドンとモノマー（パラフエニレンジアミンおよびテラフルクロライド）の比、またはノおよびモノマー間の比等を変えることによつて容易に得ることが出来る。

実施例1

固有粘度（ $\eta_{inh}$ ）が7.2のポリ-パラフエニレンテラフルアミドを、ポリマー濃度が19%となるように、温度を80℃に保ちながら99.8%の濃硫酸に加えて溶解溶解し、紡糸用のドーブを

調整した。このドーブは光学的異方性を示すことが、直交ニコル下の偏光顕微鏡観察で確認された。また80℃におけるドーブの粘度は4600ポイズであつた。

このドーブを真空下（0.5 Torr）、2時間の静置を行つて脱泡後、紡糸に用いた。ドーブをギアポンプを通して300メッシュのステンレス製金網を9重に巻いたキャンドルフィルターに導き、ついで孔径0.07mm $\phi$ 、孔数500の紡糸口金から吐出した。この際用いられた紡糸口金は、第1図に示す孔の配置のものであつた。即ち、孔群の形成する矩形の短辺の長さSは13.5mm、長辺の長さLは76.5mm、 $L/S=5.4$ であり、かつ長辺に対し実質的に直角に幅3mmだけ孔を欠落させた域を長辺方向15mm及び46.5mmの2ヶ所が該幅の中心となる様に設け、該欠落域で開かれた孔数が夫々、100、200、及び200となる紡糸口金である。なお上記欠落域を除けば、長短両辺方向とも各1.5mmの間隔で均等に配置穿孔された紡糸口金である。この紡糸口金から押出された実質的に均

一なドーブ群を、8mmの空気層を隔てて凝固浴に導いた。凝固液は、1.5℃に冷却された10%濃度の硫酸水溶液を用いた。凝固浴中で凝固された実質的に均一なフィラメント群は、ついで、凝固浴底部と一体となつて、凝固浴液表面から20mmの深さに設置された矩形の細孔を通して凝固液と共に引き出した。この際用いられた細孔は第2図に示されるものであり、細孔(11)の開口の短辺の長さは1.5mm、長辺の長さの和は7.5mm、細孔の深さは2mmである。開口部の長辺の長さは、夫々、開口(12)1.5mm、開口(13)3.0mm、開口(14)3.0mmであり、各開口間の仕切の厚みは1mmであつた。

矩形の細孔から引き出されたフィラメント群は、該細孔から300mm、350mm、及び400mmの位置に設けた外径、40 $\phi$ の3ヶの糸集束同ロールにより、3本のフィラメント束を夫々束向させた後、ネルソンロールにて引き取り、ついで特公昭55-9088号公報に示される装置（第4図）により、即ち糸束を一対のギヤ—ニップロール（巻取状のロールが近く噛み合い、その間で糸束を送り



出す)により反転ネット上に振り込み、次いで処理コンベアー上に反転させて受けた。処理コンベアー上に受せられた糸山は、シャワー方式による水洗水により洗浄されたのち、乳化剤により水中に分散させた薬油を1%含有する油剤液を粉付され、ついで200での乾風乾燥を行つたのち、コンベアー上から取り上げ、ワインダーによりボビン上に400m/分で3つのフィラメント束を捲きとつた。

上記の方法で連続して74時間紡糸し、この間縫固浴下方での糸糸交向ロール部での糸切れはなく安定して繊維を巻き取ることができた。

また得られた繊維の物性を表-1に示したが、糸糸強度のレベルが高く、かつ弾強度のバラツキが小さく、更にヤーン強度が高い繊維が得られることが判る。

しかも、糸糸構成数の異なるフィラメント束間でも糸糸強度のレベル及び弾強度のバラツキに差がなく高品質で一定品質のPPTA系繊維が得られた。

比較例1

表-1

実施例 No.	糸糸構成数 (本)	紡糸速度 (m/分)	マルチフィラメント糸物性				初期モジュラス (g/d)
			平均	標準偏差	デニール	強度 (g/d)	伸度 (%)
1	100	400	28.4	2.85	152	24.6	5.2
	200	400	28.6	2.86	301	24.8	5.2
	200	400	28.3	2.83	303	24.3	5.2

表-2

実施例 No.	糸糸構成数 (本)	紡糸速度 (m/分)	物性				初期モジュラス (g/d)
			平均	標準偏差	デニール	強度 (g/d)	伸度 (%)
2	300	400	28.0	2.83	453	24.4	5.3
	400	400	28.5	2.84	605	24.5	5.3

縫固浴下部に設けた細孔の開口部の形状が、短辺の長さ1.5mm、長辺の長さ7.5mmの一つの矩形であることが実施例1と異なる以外、他は実施例1と同様の方法で74時間紡糸した。

この結果、縫固浴下方の糸糸交向ロール部での糸切れが12回発生し、長時間安定して繊維を巻き取ることができなかった。

## 実施例2

実施例1と同様の条件で縫固浴から3本のフィラメント束を引き出した後、交向ロール部で100本のフィラメント束と200本のフィラメント束を合糸した結果が実施例2-(a)、同様の方法で200本同志を合糸した結果が実施例2-(b)であり、表-2に示す。いずれも糸糸強度レベルは高く、かつ弾強度のバラツキが小さい高品質のPPTA系繊維が得られた。しかも交向ロール部での糸切れはなく、連続して74時間紡糸できた。

以下空白

## 〔発明の効果〕

本発明法によるPPTA系繊維の製造においては、生産性を低下させることなく、一つの紡糸口金より二つ以上のフィラメント束を紡糸し、従来のPPTA系繊維の製造法によつては達成が極めて困難であつた、特に300m/分以上の高い紡速においても、糸糸強度のレベル面が小さい、かつ一定の糸糸強度のバラツキを維持した均質のPPTA系繊維が長時間安定して得られ、工業的に製造可能となつた。更には、糸糸構成数の異なるフィラメント束間においても上述の効果は損なうことなく、品質に優れたPPTA系繊維を得ることが出来、紡糸口金を変えることなく糸糸構成数の異なる種々諸例のPPTA系繊維の製造が可能となつた。

本発明法によつて得られたPPTA系繊維は、その優れた特性によつて、衣料用、産業用材用を問わず使用されるが、特にブレードケース、コンベアベルト、タイヤ、エアバックなどのゴムの補強材、プラスチックの強化繊維素材などに有用であり、これらの分野で高い機械的性質及び均質性の特徴

が十分に処理されるものである。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明装置を実施するのに好適な紡糸口金の例を示すものであり、各部は以下の通りである。

1…紡糸口金、2…矩形に配置された短辺を表わしその長さはSである。3…矩形に配置された長辺を表わしその長さはLである、4…矩形内に配置された孔(第1図中の・点)を表わす。

第2図は凝固浴下部に設けられた矩形の細孔を例示するものであり、第2図(A)は短辺方向からみた断面を、第2図(B)は(A)図における矢視断面即ち長辺方向からみた断面を表わし11は細孔部である。第2図(C)は細孔の開口部を上方からみた図であり、12、13、14は細孔である。

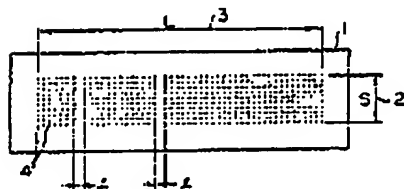
第3図は本発明法を行うのに好適な紡糸装置を示すものであつて、紡糸口金及び細孔の短辺方向からみた装置断面図であり、各部は以下の通りである。

20…凝固浴槽、21…凝固液、22…凝固液供給ノズル、23…凝固液排出用ノズル、30…糸巻方向用棒、40…落下する凝固液、50、60…フィラメント線。

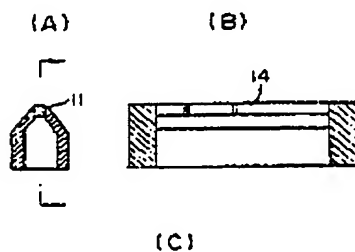
第4図は、紡糸して得られた糸巻を洗浄、乾燥等の諸工程、仕上げ部の好適な処理装置を示すものであり各部は、74…引き取り用ネルソンロール、75…ギヤードニツプロール、76…反転ネット、77…糸山を送る角のコンベアーネット、78…水洗用シャフトレイ、79…熱風乾燥機、80…巻きとり用ワインダー、81…糸山おさえ用カバーネットである。

特許出願人 旭化成工業株式会社

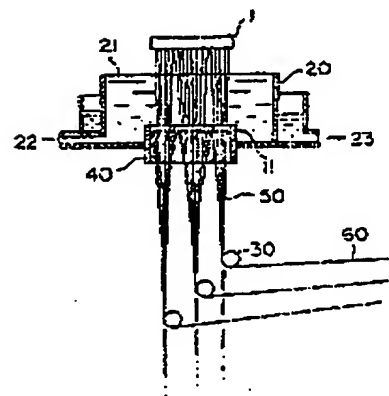
第1図



第2図



第3図



第4図

